

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **04124178 A**(43) Date of publication of application: **24.04.92**

(51) Int. Cl.

C07D231/12**A01N 43/56****A01N 43/80****C07D261/08**(21) Application number: **02241616**(22) Date of filing: **12.09.90**

(71) Applicant:

SDS BIOTECH KK

(72) Inventor:

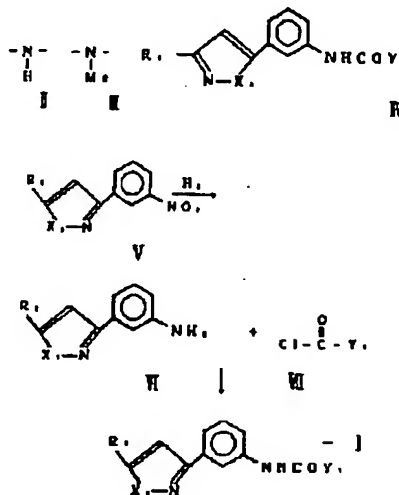
**KOYANAGI HIROSHI
NISHISAKA TAKASHI
YOSHIDA SHIGEO****(54) HETEROCYCLIC COMPOUND AND HERBICIDE
CONTAINING THE SAME****(57) Abstract:**

NEW MATERIAL: A compound of formula I (X_1 is of formula II, III or O; R_1 is lower alkyl, phenyl, etc.; Y_1 is lower alkyl, lower alkenyl, etc.) or formula IV.

USE: A herbicide.

PREPARATION: In accordance of the reaction formulas, a compound of formula V is reduced with hydrogen in methanol in the presence of Pd-carbon catalyst, or reduced, in the presence of both the hydrochloric acid and iron in a mixed solvent of THF and water, into a compound of formula VI, which is then reacted with a compound of formula VII, thus obtaining the objective compound of the formula I. This reaction is carried out in the presence of 0.5-50 (pref. 1-5) mol per mol of the compound of the formula VII of a base such as pyridine, picoline or lutidine.

COPYRIGHT: (C)1992,JPO&Japlo



⑫ 公開特許公報(A) 平4-124178

⑤ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成4年(1992)4月24日

C 07 D 231/12

A 01 N 43/56

43/80

C 07 D 261/08

1 0 1

A

6701-4C

8930-4H

8930-4H

7624-4C

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全10頁)

⑭ 発明の名称 複素環式化合物および該化合物を含有する除草剤

⑰ 特 願 平2-241616

⑱ 出 願 平2(1990)9月12日

⑲ 発 明 者 小 柳 弘 東京都大田区多摩川2丁目24番25号 株式会社エス・デー
ー・エスバイオテック東京研究所内

⑲ 発 明 者 西 坂 隆 東京都大田区多摩川2丁目24番25号 株式会社エス・デー
ー・エスバイオテック東京研究所内

⑲ 発 明 者 吉 田 茂 男 東京都練馬区貫井3丁目28番15号

⑲ 出 願 人 株式会社エス・デー 東京都港区東新橋2丁目12番7号
ー・エスバイオテック

⑲ 代 理 人 弁理士 鈴木 俊一郎

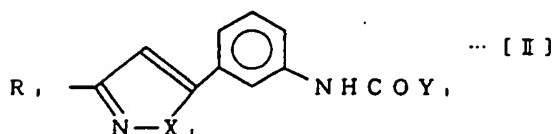
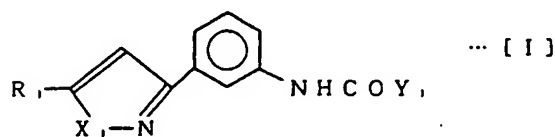
明 細 書

1. 発明の名称

複素環式化合物および該化合物を
含有する除草剤

2. 特許請求の範囲

(1) 下記式〔I〕または〔II〕で示されることを
特徴とする新規な複素環式化合物：

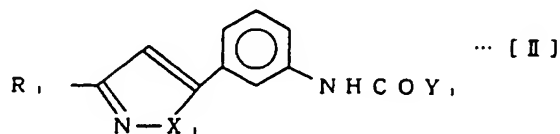
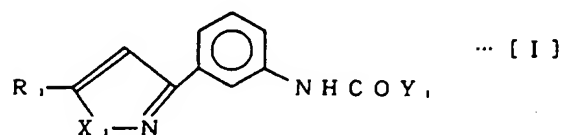


〔式中、X₁は、 $\begin{smallmatrix} -N- \\ | \\ H \end{smallmatrix}$ 、 $\begin{smallmatrix} -N- \\ | \\ Me \end{smallmatrix}$ または $-O-$ であ

り、R₁は低級アルキル基、フェニル基または置
換フェニル基であり、Y₁は低級アルキル基、低

級アルケニル基、低級アルコキシ基、低級アルケ
ニルオキシ基、N,N-ジ置換低級アルキルアミノ基、
またはN-低級アルキル-N-低級アルコシアミノ
基である。〕

(2) 下記式〔I〕または〔II〕で示される複素環
式化合物を有効成分として含有することを特徴と
する除草剤：



〔式中、X₁は、 $\begin{smallmatrix} -N- \\ | \\ H \end{smallmatrix}$ 、 $\begin{smallmatrix} -N- \\ | \\ Me \end{smallmatrix}$ または $-O-$ であ

り、R₁は低級アルキル基、フェニル基または置
換フェニル基であり、Y₁は低級アルキル基、低
級アルケニル基、低級アルコキシ基、低級アルケ

ニルオキシ基、N,N-ジ置換低級アルキルアミノ基、またはN-低級アルキル-N-低級アルコシアミノ基である。]

3. 発明の詳細な説明

発明の技術分野

本発明は、新規な複素環式化合物およびこの化合物を含有する除草剤に関し、さらに詳しくは優れた除草活性を有するとともに作物に対する害害の少ない新規な複素環式化合物およびこの化合物を含有する除草剤に関する。

発明の技術的背景

小麦、トウモロコシ、ビート、イネ等は重要な作物であり、これらの栽培圃場に発生する雑草を防除し、収量の増加をはかるために多くの除草剤が使用されている。除草剤の中で重要な役割を占める光合成阻害型除草剤としては、たとえばフェニルカーバメート構造を有するMCC、IPC、フェニル尿素構造を有するDCMU、リニュロン、アニライド構造を有するプロパニル等が知られている。現在までに、これらの光合成阻害型の化合

物のフェニル置換については、多くの研究がなされているが、複素環基で置換された化合物で、除草活性を示すものは知られていない。

このような除草剤としては、下記のような特性が求められている。

(i) 作物に害害を与えないこと。

(ii) 雑草であるノビエ、メヒシバ、オナモミ、イチジ、アオビユ、ブタクサ、ヒメミソハギなどに対する除草活性に優れていること。

(iii) 作物発芽後の葉面散布処理において、上記のような雑草に対して除草活性を有すること。

本発明者らは、上記のような特性を有する除草剤を開発すべく鋭意検討したところ、新規な複素環式化合物が上記のような特性を有することを見出して、本発明を完成するに至った。

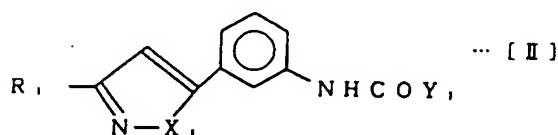
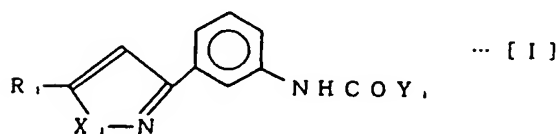
発明の目的

本発明は、上記のような従来技術に鑑みて完成されたものであって、優れた除草活性を有するとともに作物に対する害害の少ない新規な化合物を提供するとともに、この化合物を含む除草剤を提

供することを目的としている。

発明の概要

本発明に係る新規な複素環式化合物は、下記式〔I〕または〔II〕で示されることを特徴としている。



[式中、X₁は-N-、-N-または-O-であり、
H Me

り、R₁は低級アルキル基、フェニル基または置換フェニル基であり、Y₁は低級アルキル基、低級アルケニル基、低級アルコキシ基、低級アルケニルオキシ基、N,N-ジ置換低級アルキルアミノ基、またはN-低級アルキル-N-低級アルコシアミノ基である。]

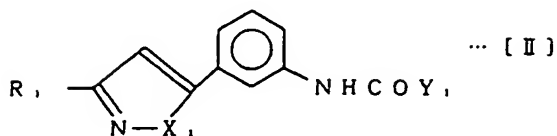
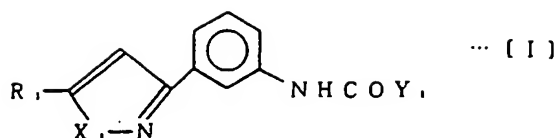
また本発明に係る除草剤は、有効成分として上記のような複素環式化合物を含有していることを特徴としている。

上記のような新規な複素環式化合物は、雑草に対して優れた除草活性を有するとともに、作物に対する害害が少ない。

発明の具体的説明

以下、本発明に係る新規な複素環式化合物および該化合物を含む除草剤について具体的に説明する。

本発明に係る新規な複素環式化合物は、下記式〔I〕または〔II〕で示される。



[式中、 X_1 は $-N-$ 、 $-N-$ または $-O-$ であり
 $\begin{array}{c} | \\ H \end{array}$ $\begin{array}{c} | \\ Me \end{array}$

り、 R_1 は低級アルキル基、フェニル基または置換フェニル基であり、 Y_1 は低級アルキル基、低級アルケニル基、低級アルコキシ基、低級アルケニルオキシ基、 N,N -ジ置換低級アルキルアミノ基、または N -低級アルキル- N -低級アルコキシアミノ基である。]

低級アルキル基としては、メチル基、エチル基、 n -プロピル基、 i -プロピル基、 n -ブチル基、 i -ブチル基、 sec -ブチル基、 t -ブチル基などが挙げら

N,N -ジメチルアミノ基、 N,N -ジエチルアミノ基、 N -メチル- N - n -ブチル基などが挙げられる。

N -低級アルキル- N -低級アルコキシアミノ基としては、 N -メチル- N -メトキシ基などが挙げられる。

低級アルケニル基としては、アリル基、1-ペンテニル基などが挙げられる。

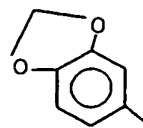
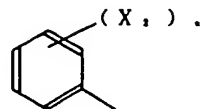
低級アルケニルオキシ基としては、アリルオキシ基、1-ペンテニルオキシ基などが挙げられる。

ハロゲンとしては、塩素、臭素、フッ素などが挙げられる。

このような複素環式化合物の具体例(1)~(24)を以下に示す。なお、今後の説明は化合物Noで行なう。

れる。

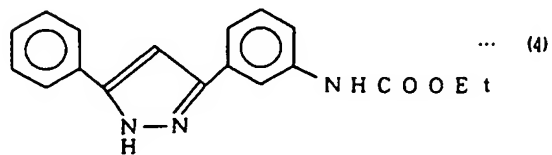
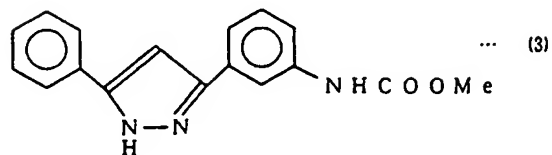
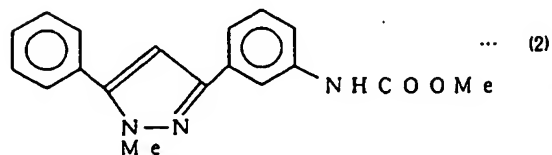
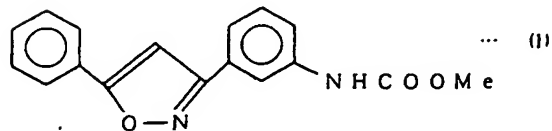
また、置換フェニル基は、式[III]または式[IV]で示される。

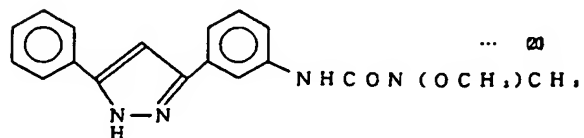
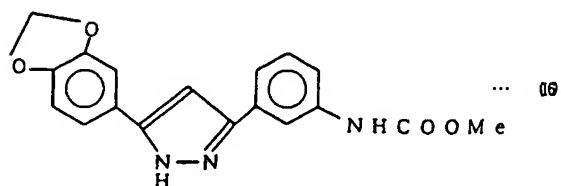
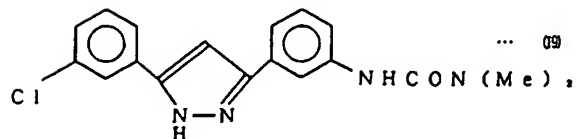
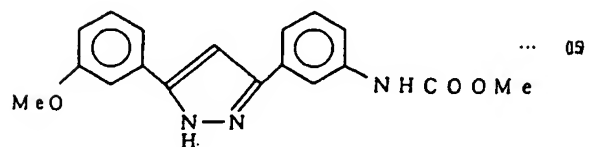
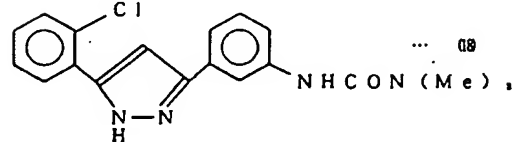
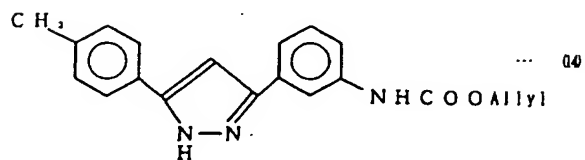
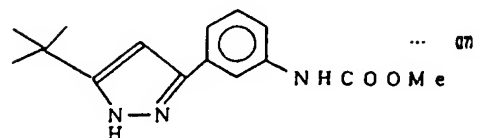
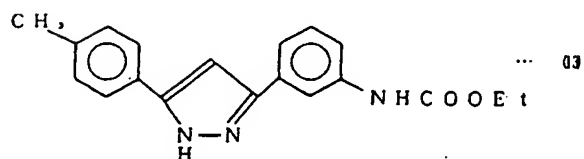
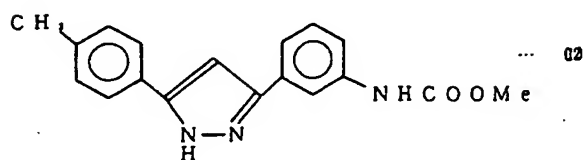
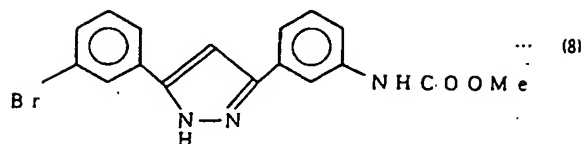
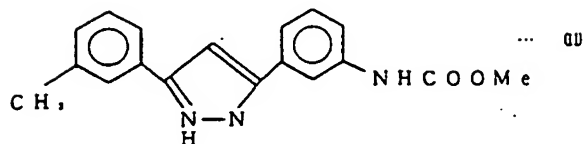
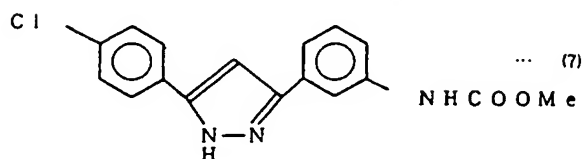
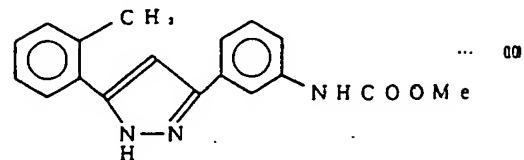
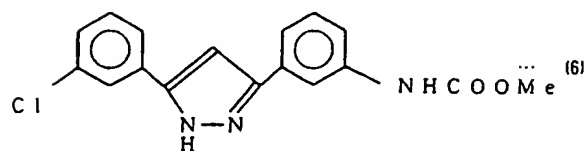
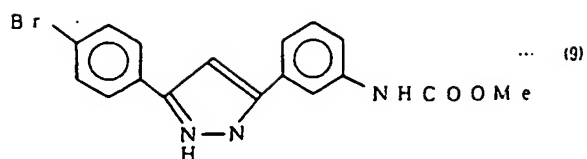
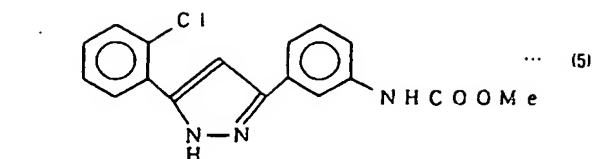


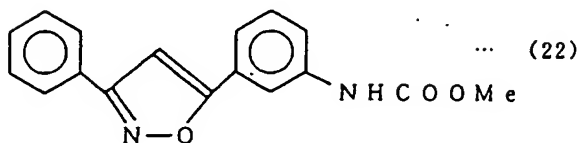
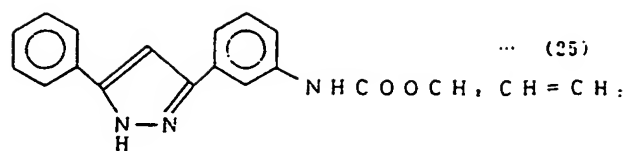
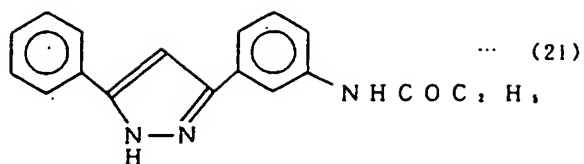
[式中、 X_2 は同一または相異なる上記したような低級アルキル基、後述するような低級アルコキシ基、低級アルキルアミノ基、ハロゲンであり、 n は置換基の数を表し、1~5の整数である。]で示される。

低級アルコキシ基としては、メトキシ基、エトキシ基、 n -プロポキシ基、 i -プロポキシ基、 n -ブトキシ基、 i -ブトキシ基、 sec -ブトキシ基、 t -ブトキシ基などが挙げられる。

N,N -ジ置換低級アルキルアミノ基としては、







次にこのような化合物について、融点、NMR、IRなどの物性値を表1に示す。

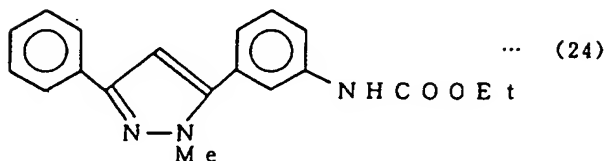
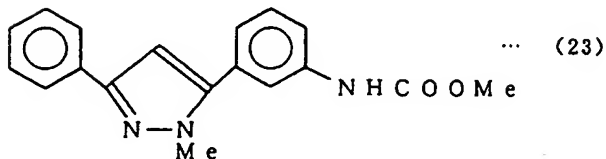


表 1

| 化合物 No | 融点 (°C) | NMR データ (ppm) |
|-----------|-----------|---|
| 1 | 134 ~ 136 | 3.8(3H, s), 6.8(1H, s), 6.9(1H, bs) 7.3-8.0(9H, m) (in CDCl ₃) |
| 2 | 116 ~ 118 | |
| 3 | 203 ~ 206 | 3.8(3H, s), 6.8(1H, s), 6.9(1H, bs) 7.1-8.0(10H, m), 9.3(1H, bs) (in CDCl ₃ +DMSO-d ₆) |
| 5 | 159 ~ 162 | 3.7(3H, s), 6.9(1H, s), 7.1-7.9(9H, m), 8.7(1H, bs) (in CDCl ₃ +DMSO-d ₆) |
| 6 | 227 ~ 230 | 3.7(3H, s), 6.8(1H, s), 7.1-8.0(9H, m), 9.1(1H, bs) (in CDCl ₃ +DMSO-d ₆) |
| 7 | 231 ~ 233 | 3.7(3H, s), 6.7(1H, s), 7.0-7.9(9H, m), 9.1(1H, bs) (in CDCl ₃ +DMSO-d ₆) |

表 1 (続 き)

| 化合物 No | 融点 (°C) | NMR データ (ppm) |
|-----------|-----------|---|
| 8 | 223 ~ 226 | 3.8(3H, s), 6.8(1H, s), 7.2-8.1(9H, m), 9.2(1H, bs) (in CDCl ₃ +DMSO-d ₆) |
| 9 | 243 ~ 246 | 3.8(3H, s), 6.8(1H, s), 7.0-8.1(9H, m), 9.1(1H, bs) (in CDCl ₃ +DMSO-d ₆) |
| 10 | 145 ~ 148 | 2.4(3H, s), 3.8(3H, s), 6.6(1H, s), 6.9-7.8(10H, m) (in CDCl ₃ +DMSO-d ₆) |
| 11 | 183 ~ 185 | 2.4(3H, s), 3.8(3H, s), 6.8(1H, s), 7.0-8.3(10H, m) (in CDCl ₃ +DMSO-d ₆) |
| 12 | 194 ~ 198 | 2.4(3H, s), 3.8(3H, s), 6.8(1H, s), 6.9-7.9(9H, m), 8.6(1H, bs) (in CDCl ₃ +DMSO-d ₆) |
| 13 | 180 ~ 184 | 2.4(3H, s), 4.7(2H, d), 5.1-5.5(2H, m), 6.1(1H, m), 6.8(1H, s), 7.1-8.0(9H, m), 8.6(1H, bs) (in CDCl ₃ +DMSO-d ₆) |
| 14 | 181 ~ 184 | 1.3(3H, t), 2.3(3H, s), 4.2(2H, q), 6.8(1H, s), 7.1-8.0(9H, m), 8.5(1H, bs) (in CDCl ₃ +DMSO-d ₆) |

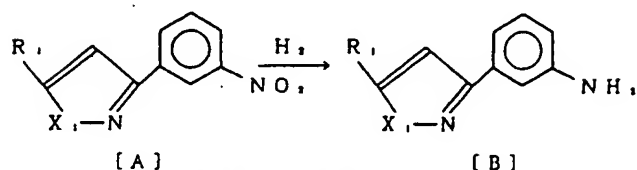
表 1 (続 き)

| 化合物 No | 融点 (°C) | NMR データ (ppm) |
|-----------|-----------|--|
| 15 | 169 ~ 172 | 3.8(3H, s), 3.9(3H, s), 6.8(1H, s), 7.1-8.1(9H, m), 8.8(1H, bs) (in CDCl ₃ , +DMSO-d ₆) |
| 17 | 139 ~ 141 | 1.3(9H, s), 3.7(3H, s), 6.3(1H, s), 6.9(1H, bs), 7.2-7.8(5H, m) (in CDCl ₃) |
| 18 | 86 ~ 90 | 2.9(6H, s), 6.5(1H, bs), 6.9(1H, s), 7.1-7.8(9H, m) (in CDCl ₃) |
| 19 | 161 ~ 164 | 2.9(6H, s), 6.6(1H, bs), 6.7(1H, s), 7.1-7.8(9H, m) (in CDCl ₃) |
| 22 | 149 ~ 154 | 3.6(3H, s), 6.0(1H, s), 7.1-7.9(10H, m) (in CDCl ₃) |
| 23 | 96 ~ 99 | 3.8(3H, s), 3.9(3H, s), 6.5(1H, s), 6.8-7.9(10H, m) (in CDCl ₃) |

なお、上記式〔I〕および〔II〕で示される化合物において、X₁が-NH-である場合は、上記式〔I〕で示される化合物と上記式〔II〕で示される化合物とは互変異性体である。

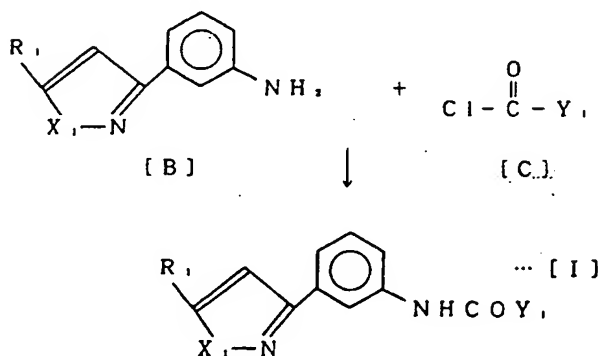
このような複素環式化合物は、たとえば以下のようにして製造することができる。なお以下の説明においては、式〔I〕で示される化合物の製造方法について説明するが、式〔II〕で示される化合物についても同様にして製造することができる。

まず、式〔A〕で示される化合物をメタノール中でパラジウム-炭素触媒の存在下で水素で還元するか、あるいはテトラヒドロフランと水との混合溶媒中の塩酸と鉄との存在下で還元して、アニリン誘導体〔B〕を、生成させる。



次いで得られたアニリン誘導体〔B〕と、式

〔C〕で示される化合物を反応させる。



なお式〔C〕において、Y₁は式〔I〕におけるY₁と同様である。

上記のような反応においては、塩基が用いられ、具体的には、

ピリジン、ピコリン、ルチジン、コリジンなどのピリジン類、

トリエチルアミン、1,8-ジアザビシクロ(5.4.0)ウンデセン-7、N,N-ジメチルアニリンなどのアミン類、

NaHCO₃、KHCO₃、Na₂CO₃、K₂CO₃、NaOH、KOHなどの無機塩基などが用いられる。

このような塩基は、式〔C〕で示される化合物1モルに対して0.5~50モル好ましくは1から5モルの量で用いられることが望ましい。

アニリン誘導体は、式〔C〕で示される化合物1モルに対して1~5モル好ましくは1~3モルの量で用いられる。反応は、-20~100℃で好ましくは0~80℃の温度で、0.1~30時間好ましくは0.5~10時間行われる。

上記のような反応は、溶媒の存在下に行ってもよく、また溶媒の不存在下に行ってもよい。溶媒としては、反応に不活性な溶媒が用いられ、具体的には、

ベンゼン、トルエン、キシレンなどの芳香族炭化水素、

クロロホルム、ジクロロメタン、四塩化炭素、ジクロロエタン、トリクロロエタン、テトラクロロエタン、クロルベンゼン、ジクロロベンゼンな

どのハロゲン炭化水素、

テトラヒドロフラン、酢酸エチル、ジメチルホルムアミド、

などが単独であるいは混合して用いられる。

反応生成物である複素環式化合物の精製は常法に従って行うことができる。

なお式〔A〕で示される化合物は、公知の製造方法によって製造することができる。

すなわち、式〔A〕で示される化合物は、たとえばジャーナル オブ アメリカン ケミカル ソサイアティー(J. Am. Chem. Soc)65, 1585~8(1943)などに従って製造することができる。

本発明に係る式〔I〕または〔II〕で示される複素環式化合物は、広い範囲の雑草に対して強い除草活性を示し、たとえば雑草が成育する初期もしくは中期の段階に、この化合物を有効成分として1ヘクタール当り0.1~10kg施用すると、後述するような広範囲の雑草を防除することができる。また、本発明に係る複素環式化合物の施用量を限定したり、あるいは適当な施用方法を応

用すると、トウモロコシ、大麦、小麦、ソルガム、サトウキビ、ピーナッツ、大豆、ヒマワリ、ワタ、水稻などの特定の作物を栽培する圃場で雑草を選択的に防除することができる。とりわけ、トウモロコシ、小麦などの主要作物を栽培する畑地では、作物発芽後、初期ないし中期の葉面散布処理においても作物に被害を与えることなく、強雑草であるノビエ、メヒシバ、オナモミ、イチビ、アオビユ、ブタクサ、ヒメミソハギなどを防除することができる。

本発明に係る複素環式化合物によって防除することができる雑草としては、さらに具体的には、広葉雑草、たとえば、ハコベ(*Stellaria media*)、シロザ(*Chenopodium album*)、ツメクサ(*Sagina japonica*)、コアカザ(*Chenopodium ficifolium*)、オオイヌタデ(*Polygonum nodosum*)、スベリヒユ(*Portulaca oleracea*)、ナズナ(*Capsella bursapastoris*)、マメグンバイナズナ(*Lepidium virginicum*)、イヌガラシ(*Rorippa inndica*)、タネツケバナ(*Cardamine flexuosa*)、イチビ

(*Abutilon theophrasti*)、アメリカキンゴジカ(*Sida spinosa*)、マルバアサガオ(*Ipomoea purpurea*)、ノボロギク(*Senecio vulgaris*)、オニノゲシ(*Sonchus asper*)、アメリカセンダングサ(*Bindens frondosa*)、ブタクサ(*Ambrosia artemisiaefolia*)、ホウキギク(*Aster subulatus*)、ホトケノザ(*Lamium amplexicaule*)、カタバミ(*Oxalis corniculata*)、アオビユ(*Amaranthus retroflexus*)、カラスノエンドウ(*Vicia sativa*)、ヤエムグラ(*Galium asparine*)、イヌホウズキ(*Solanum nigrum*)、ヨウシュチョウセンアサガオ(*Datura stramonium*)など、

イネ科雑草、たとえばスズメノカタビラ(*Alopecurus aequalis*)、スズメノテッポウ(*Alopecurus aequalis*)、メヒシバ(*Digitaria adscendens*)、オヒシバ(*Eleusine indica*)、エノコログサ(*Setaria viridis*)、イヌビエ(*Echinochloa crus-galli*)、カモシグサ(*Agrocyron Kamoji*)、ホソムギ(*Lolium perenne*)、イヌムギ(*Bromus unioloides*)、カラ

スムギ(*Avena fatua*)、ヒエガエリ(*Porypogon Higegaweri*)、オオクサキビ(*Panicum dichotomiflorum*)、

カヤツリグサ科雑草、たとえばカヤツリグサ(*Cyperus microiria*)、コゴメガヤツリ(*Cyperus lria*)などが挙げられる。

次に本発明に係る除草剤について説明すると、本発明に係る除草剤は、上記のような式〔I〕または〔II〕で示される複素環式化合物を有効成分として含有しており、その使用形態としては、上記のような複素環式化合物を単独で使うことができ、またこの化合物に各種補助剤たとえば希釈剤、溶剤、界面活性剤などを配合して乳剤、水和剤、粒剤、フロワブルなどの形態で使うことができる。さらに、本化合物または本除草剤の作用範囲を拡大するために、他の除草剤や除草剤以外の農薬、たとえば殺虫剤、殺菌剤、殺線虫剤あるいは植物生長調節剤、肥料などを混合することもできる。

本発明に係る除草剤は、そのまま、あるいはさ

らに水等で適当に希釈もしくは懸濁させた形態で、上記のような雑草を防除するに適当な量を施用する。本発明に係る化合物を除草剤として使用する場合、製剤形態、適用作物、適用雑草、気象条件などによっても異なるが、ヘクタール当り0.1～5 kgになるように施用するのが特に有効である。

発明の効果

本発明に係る式〔I〕または〔II〕で示される新規な複素環式化合物は、雑草に対して優れた除草活性を有するとともに、作物に対する被害が少ない。

以下本発明を実施例によって説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。

実施例1（化合物の製造）

3-フェニル-5-(3'-ニトロフェニル)イソキサゾール2.7 gを、100 mlのパラジウム／カーボンを用いて、エタノールの溶媒中、水素分圧2 atmにおいてオートクレーブ中で2時間還元した。

得られた反応混合液からパラジウム／カーボンを濾別した後、減圧留去したところ、3-フェニル

た。

得られた反応混合物に水酸化カリウム水溶液を加えてアルカリ性にした後、温かいうちに吸引濾過し、溶媒を減圧濃縮した。これを、クロロホルムで抽出し、抽出液を無水硫酸ナトリウムで乾燥した後減圧留去したところ、5-フェニル-3-(3'-アミノフェニル)-1-メチル-ピラゾールが得られた。

このようにして得られた反応物をエタノールで再結晶した後、トルエン100 ml、トリエチルアミン3 mlの混合溶媒に溶解し、クロロギ酸メチル1.5 gを氷冷下滴下し、さらに室温にて5時間攪拌した。

このようにして得られた反応混合物に希塩酸を加え、酢酸エチルにて抽出した。この抽出液を飽和重炭酸ナトリウムにて洗浄した後、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。酢酸エチルを減圧留去して得られた粉末を酢酸エチル-ヘキサンの混合溶媒で洗浄したところ、白色粉末の目的物（化合物No. 2）1.5 gが得られた（収率50％）。

-5-(3'-アミノフェニル)イソキサゾールが得られた。

得られた3-フェニル-5-(3'-アミノフェニル)イソキサゾールを、ジクロロエタン100 ml中に溶解し、この溶液にピリジン2 mlを加えた後、クロロギ酸メチル1.5 gを室温にて滴下し、さらに5時間攪拌した。

このようにして得られた反応混合物に希塩酸を加え、次いで酢酸エチルにて抽出した。抽出液を飽和重炭酸ナトリウムにて洗浄した後、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。酢酸エチルを減圧留去して得られた結晶をクロロホルム-ヘキサンの混合溶媒で洗浄したところ、白色結晶の目的物（化合物No. 22）2.4 gが得られた（収率85％）。

実施例2（化合物の製造）

5-フェニル-3-(3'-ニトロフェニル)-1-メチル-ピラゾール2.8 gを、300 mlのメタノールと10 mlの水との混合溶媒に溶解させ、得られた溶液に5 mlの濃塩酸を滴下し攪拌した。この溶液に鉄粉2.5 gを徐々に加え12時間還流攪拌し

実施例3（化合物の製造）

3-1-ブチル-5-(3'-ニトロフェニル)-ピラゾールを、常法により還元して得られた3-1-ブチル-5-(3'-アミノフェニル)-ピラゾール2.2 gを、ピリジン3 mlに溶解した後、この溶液にクロロギ酸メチル1.5 gを氷冷下滴下し、さらに室温にて5時間攪拌した。

このようにして得られた反応混合物に希塩酸を加え、酢酸エチルにて抽出した。この抽出液を飽和重炭酸ナトリウムにて洗浄した後、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。酢酸エチルを減圧留去して得られた粉末を酢酸エチル-ヘキサンの混合溶媒で洗浄したところ、白色粉末の目的物（化合物No. 17）2.5 gが得られた（収率90％）。

実施例4（化合物の製造）

3-(3'-クロロフェニル)-5-(3'-ニトロフェニル)-ピラゾールを、常法により還元して得られた3-(3'-クロロフェニル)-5-(3'-アミノフェニル)-ピラゾール2.7 gを、ピリジン3 mlに溶解した後、この溶液にN,N-ジメチルカルバミン酸クロラ

イド2.0gを氷冷下滴下し、さらに室温にて5時間攪拌した。

このようにして得られた反応混合物に希塩酸を加え、酢酸エチルにて抽出した。この抽出液を飽和重碳酸ナトリウムにて洗浄した後、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。酢酸エチルを減圧留去して得られた反応混合物をクロロホルムで再結晶したところ、白色粉末の目的物(化合物No.19)2.9gが得られた。

実施例5(水和剤の製造)

有効成分としての本発明化合物50部、タルク35部、ケイソウ土5部、ホワイトカーボン5部、ポリオキシエチレンアルキルア릴エーテル5部を混合粉碎して有効成分化合物を50%含有する水和剤を得た。

実施例6(乳剤の製造)

有効成分として本発明化合物15部、キシレン80部およびポリオキシエチレンアルキルア릴エーテル5部を混合して均一な溶液とし、有効成分15%を含有する乳剤を得る。使用に際しては、

水で所定の濃度にて希釈して散布する。

次に本発明に係る複素環式化合物の除草活性を示すため、代表的な試験例を挙げる。

なお、試験例中で除草効果および被害は肉眼観察し、0:効果または被害なし~10:完全枯死の11段階の指数にて表示した。

試験例1(茎葉接触処理)

表面積150cm²のポットに畑土壌をつめ、トウモロコシ、イヌビエ、オオイヌタデ、オナモミ、ブタクサ、アブラナの種子をまき、約1cmの覆土をして温室内に置き、雑草が1~2葉期になった時に、本発明化合物の実施例5に準じて製造した水和剤を用い、1ヘクタール当たりそれぞれ4kg、2kg、1kgに相当する量を、噴霧器を使用して葉面散布した。処理後20日目に雑草に対する除草効果およびトウモロコシに対する被害を肉眼観察し、結果を表2に示す。

試験例2(湛水土壌処理(雑草発生後))

面積80cm²のポットに水田土壌をつめ、ノビエ、ホタルイ、コナギ、ヒメミソハギの雑草種子を播種し、2葉期のイネを移植し、10日間温室内で生育させた後、実施例に準じて調整された本発明化合物の水和剤を用いて調整して懸濁液を所定量になるよう田面水に滴下した。薬剤処理後3週間目に除草効果および水稲に対する被害を調査した。

結果を表3に示す。

表 2

| 化合物 番号 | a.i./kg | 除 草 効 果 | | | | | | 観 察 トウモロコシ |
|-----------|-------------|--------------|---------------|----------------|----------------|----------------|--------|---------------|
| | | イヌビエ | オナモミ | ブタクサ | アブラナ | イヌビエ | トウモロコシ | |
| 3 | 4 2 1 | 5 5 1 | 10 10 8 | 10 9 1 | 10 10 10 | 10 10 10 | 0000 | 0000 |
| 10 | 4 2 1 | 1 1 1 | 9 8 7 | 9 9 8 | 10 10 10 | 10 10 10 | 0000 | 0000 |
| 11 | 4 2 1 | 5 5 3 | 10 10 8 | 10 10 10 | 10 10 10 | 10 10 10 | 0000 | 0000 |
| 17 | 4 2 1 | 10 6 5 | 10 7 7 | 10 10 10 | 10 10 10 | 10 10 10 | 2000 | 0000 |
| 700に* | 4 2 1 | 8 4 1 | 8 8 3 | 8 6 5 | 10 10 10 | 10 10 10 | 5000 | 5000 |

表 3

| 化 合 物 番 号 | 薬 量 a. i. / kg | 除 草 効 果 | | | | |
|----------------|-------------------|---------|---|------|-----|-------------------|
| | | ヒ | エ | ホタルイ | コナギ | ヒメツハギ イ ネ |
| 17 | 4 | 10 | | 10 | 9 | 10 |
| | 2 | 9 | | 8 | 5 | 10 |
| | 1 | 6 | | 7 | 3 | 10 |
| シメトリソ (対照剤) | 0.5 | 8 | | 5 | 10 | 10 4 |

特許出願人 株式会社エス・ディー・エスバイオテック
代 理 人 弁 理 士 鈴木 俊一郎